

JP3001114

Publication Title:

OPTICAL FIBER CABLE CORE

Abstract:

Abstract of JP3001114

PURPOSE: To obtain a relatively lightweight core for which optical fibers are used by housing and installing the plural optical fibers into slots formed in the peripheral regions of strength member matrices. **CONSTITUTION:** The optical fiber cable consists of the metallic matrices 1, 2, 5 which act as primary longitudinal strength members and as a central solid conductor. The peripheral surface of a metallic tube 2 is provided with the several slots 3 extending in a longitudinal direction at equal angles equidistantly from the axial line of the cable. The respective slots 3 are provided with the plural fiber conductors 4 in the form of the fibers alone or the form of ribbons or the form of ribbon bundles. A packing compd. having waterproofness/heat resistance is packed into the remaining parts of the respective slots. As a result, the lightweight core for which the optical fibers are used is obtd.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

Courtesy of <http://v3.espacenet.com>

BEST AVAILABLE COPY

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 特 許 公 報 (B 2)

(11) 特許番号

特許第3001114号

(P 3 0 0 1 1 1 4)

(45) 発行日 平成12年 1 月24日 (2000. 1. 24)

(24) 登録日 平成11年11月12日 (1999. 11. 12)

(51) Int. Cl. ⁷

識別記号

A61K 7/16

F I

A61K 7/16

請求項の数10 (全11頁)

(21) 出願番号	特願平8-510592	(73) 特許権者	999999999 ユニリーバー・ナームローゼ・ベンノー トシャープ オランダ国、エヌ・エル-3013・アー・ エル・ロツテルダム、ウエーナ・455
(86) (22) 出願日	平成7年 9 月20日 (1995. 9. 20)	(72) 発明者	バーノン, ピーター・ジョージ イギリス国、モーブレイ・エル・イー・ 14・34・エフ、メルトン、ヒツクリング 、ハーレス・エーカーズ・17
(65) 公表番号	特表平10-506885	(74) 代理人	999999999 弁理士 川口 義雄 (外3名)
(43) 公表日	平成10年 7 月 7 日 (1998. 7. 7)	審査官	塚中 直子
(86) 国際出願番号	P C T / E P 9 5 / 0 3 6 9 8	(56) 参考文献	特開 平1-299211 (J P, A) 特開 平3-271215 (J P, A) 特開 平4-243816 (J P, A)
(87) 国際公開番号	W O 9 6 / 0 9 0 3 4		
(87) 国際公開日	平成8年 3 月28日 (1996. 3. 28)		
審査請求日	平成9年10月28日 (1997. 10. 28)		
(31) 優先権主張番号	9 4 2 0 2 7 0 1 . 2		
(32) 優先日	平成6年 9 月21日 (1994. 9. 21)		
(33) 優先権主張国	オーストリア (A T)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 歯研磨性清浄剤組成物

1

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】 微粒子材料の凝集体を含有する歯研磨性清浄剤組成物であって、凝集体は有機および/または無機の結合剤を実質的に含まず、前記凝集体は (A) D_{10} が $50 \mu m$ 以上であると共に D_{90} が $2000 \mu m$ 以下である粒子寸法を有し、さらに $80 \sim 1500 \mu m$ の範囲の D_{50} を有し、前記凝集体は少なくとも2種の微粒子材料で構成され、前記各材料は互いに化学的および/または物理的に相違し、少なくとも1種の微粒子材料は (B) D_{10} が $0.1 \mu m$ 以上であると共に D_{90} が $80 \mu m$ 以下であり、かつ D_{50} が $4 \sim 35 \mu m$ の範囲となるような粒子寸法を有し、さらに (C) 少なくとも1種の他の微粒子材料は D_{10} が $0.1 \mu m$ 以上であると共に D_{90} が $100 \mu m$ 以下でありかつ D_{50} が $9 \sim 70 \mu m$ の範囲となるような粒子寸法を有することを特徴とする前記組成物。

2

【請求項2】 (A) につき $D_{10} \geq 100 \mu$ 、 $D_{90} \leq 1500 \mu$ および $D_{50} = 150 \sim 800 \mu$ であり、(B) につき $D_{10} \geq 2 \mu$ 、 $D_{90} \leq 65 \mu$ および $D_{50} = 6 \sim 20 \mu$ であり、さらに (C) につき $D_{10} \geq 3 \mu$ 、 $D_{90} \leq 80 \mu$ および $D_{50} = 10 \sim 40 \mu$ であることを特徴とする請求の範囲第1項に記載の組成物。

【請求項3】 (A) につき $D_{10} \geq 150 \mu$ 、 $D_{90} \leq 1000 \mu$ および $D_{50} = 200 \sim 600 \mu$ であり、(B) につき $D_{10} \geq 2.5 \mu$ 、 $D_{90} \leq 40 \mu$ であり、さらに (C) につき $D_{10} \geq 4 \mu$ 、 $D_{90} \leq 50 \mu$ であることを特徴とする請求の範囲第2項に記載の組成物。

【請求項4】 凝集体が少なくとも70重量%の微粒子材料を含むことを特徴とする請求の範囲第1項、第2項または第3項に記載の組成物。

【請求項5】 凝集体が化粧上もしくは歯治療上の作用を有する材料をさらに含むことを特徴とする請求の範囲第

1～4項のいずれか一項に記載の組成物。

【請求項6】凝集体が亜鉛化合物を含有することを特徴とする請求の範囲第5項に記載の組成物。

【請求項7】凝集体を1～99重量%の量にて含有することを特徴とする請求の範囲第1～6項のいずれか一項に記載の組成物。

【請求項8】凝集体を3～40重量%の量にて含有することを特徴とする請求の範囲第7項に記載の組成物。

【請求項9】凝集体が75:25～25:75の相対重量比の増粘シリカと研磨シリカとの混合物から構成されることを特徴とする請求の範囲第1～8項のいずれか一項に記載の組成物。

【請求項10】凝集体が50:50の相対重量比にて増粘シリカと研磨シリカとを含み、さらに二酸化チタンおよびクエン酸亜鉛をも含む請求の範囲第9項に記載の組成物。

【発明の詳細な説明】

本発明は人間の口内で使用するための歯研磨性清浄剤組成物に関する。より詳細には、微粒子材料の凝集体を含有する歯研磨性清浄剤組成物に関し、凝集体は歯研磨性清浄剤組成物の使用に際し知覚しうるような感覚的作用を歯研磨性清浄剤組成物に付与する。

特に本発明は、少なくとも微粒子の歯研磨性清浄剤を含有して歯研磨性清浄剤組成物に感覚上知覚しうる清浄作用を付与する凝集した微粒子材料を含有する歯研磨性清浄剤組成物に関するものである。

上記種類の歯研磨性清浄剤組成物は既に当業界で提案されている。たとえばEP-A-269,966号、EP-A-473,171号およびGB-A-2,252,042号には、有機もしくは無機の結合剤により凝集された微粒子の歯研磨性清浄剤から作成される粒子を含有した歯研磨性清浄剤組成物が記載されている。この種の歯研磨性清浄剤組成物を口内で使用する際、消費者はこれら粒子の存在を知覚して、それにより清浄効果の感覚的知覚を消費者に与え、さらにこれら歯研磨性清浄剤組成物で歯を磨く際に粒子は歯ブラシの圧力により「破碎」され、これにより粒子は一層小さい粒子まで分断されて研磨作用を与え、消費者はこれを歯研磨性清浄剤組成物および歯の滑らかな感触により感覚的に知覚する。この種の粒子の典型例はゼオライトおよびコロイド状シリカで構成され、さらに結合剤としてのアルミノメタ珪酸マグネシウムまたは結合剤としてのエチルセルロースを含む。

GB-A-2,272,640号には、組成物の使用条件下で碎けやすい研磨粒子を有する歯研磨性清浄剤組成物が記載されている。これら粒子は、無機もしくは有機の水不溶性結合剤を用いずに水での処理およびその後の乾燥により凝集されるたとえばシリカのような微粒子の歯研磨性清浄剤から作成される。

これら従来の提案は或る種の感覚的作用を与えうる歯研磨性清浄剤組成物をもたらしうるが、この種の作用は

幾つかの面で大して顕著でない。さらに種々異なる材料の混合物を凝集させる場合、これは有機もしくは無機の結合剤の使用を必要として、これら凝集体の製造を一層高価にする。

今回、実質的に有機および/または無機の結合剤を含まず、(A) D_{10} が $50\mu\text{m}$ に等しくまたはそれより大であると共に D_{90} が $2000\mu\text{m}$ に等しくまたはそれより小であって $80\sim 1500\mu\text{m}$ の範囲の D_{50} を有するような粒子寸法を有する凝集体であって凝集体が少なくとも2種の微粒子材料で構成され、前記材料が互いに化学的および/または物理的に異なり、少なくとも1種の微粒子材料は (B) D_{10} が $0.1\mu\text{m}$ に等しくまたはそれより大であると共に D_{90} が $80\mu\text{m}$ に等しくまたはそれより小であって $4\sim 35\mu\text{m}$ の範囲の D_{50} を有するような粒子寸法を有し、さらに (C) の少なくとも1種の他の微粒子材料は D_{10} が $0.1\mu\text{m}$ に等しくまたはそれより大であると共に D_{90} が $100\mu\text{m}$ に等しくまたはそれより小であって $9\sim 70\mu\text{m}$ の範囲の D_{50} を有するような粒子寸法を有する凝集体は、歯研磨性清浄剤組成物中に混入した際に消費者に感覚上知覚しうる清浄作用および研磨作用を歯磨のためのこの種の歯研磨性清浄剤組成物を使用する際に与える歯研磨性清浄剤組成物をもたらすことを突き止めた。

D_{10} は粒子の全量に対し10重量%以下の粒子寸法であり、たとえば $50\mu\text{m}$ の D_{10} は粒子の全量の10重量%以下が $50\mu\text{m}$ もしくはそれ以下の粒子寸法を有しうることを意味する。 D_{50} は、粒子の全量の50重量%がより大であると共に粒子の全量の50重量%がより小であるような粒子寸法である。

D_{90} は、粒子の全量の90重量%が等しくまたはより小であるような粒子寸法である。

(A) の D_{10} 、 D_{90} および D_{50} に関し、好適数値は次の通りである：

$D_{10} \geq 100\mu$ 、特に $\geq 150\mu$ 、

$D_{90} \leq 1500\mu$ 、特に $\leq 1000\mu$ 、

$D_{50} = 150\sim 800\mu$ 、特に $200\sim 600\mu$ 。

(B) につき、これらの数値は次の通りである：

$D_{10} \geq 2\mu$ 、特に $\geq 2.5\mu$ 、

$D_{90} \leq 65\mu$ 、特に $\leq 40\mu$ 、

$D_{50} = 6\sim 20\mu$ 。

(C) につき、これら数値は次の通りである：

$D_{10} \geq 3\mu$ 、特に $\geq 4\mu$ 、

$D_{90} \leq 80\mu$ 、特に $\leq 50\mu$ 、

$D_{50} = 10\sim 40\mu$ 。

上記粒子寸法は全てMG15試料提供ユニットを備えたマルバーン・マスターサイザー・モデルXを用いて測定され、その際取扱説明書に要約された測定手順を用いると共に検出系には 300μ レンズを使用する。

凝集体の正しい粒子寸法分布の一層正確な測定は篩分析を用いて得られる。

100gの試料を一連のBS篩の頂部篩に $45\sim 600\mu$ の間で

約50 μ 間隔にて載せる。これら篩を、底部が最も微細および積層篩の頂部が最も粗大となるような順序で配置する。これら篩を機械振動器（たとえばパスカル・エンジニアリング・カンパニー・リミテッドによるインクリノ

・メカニカル・シーブ・シェーカー）に入れ、蓋を被せると共に10分間振とうさせる。各篩フラクションを正確に秤量し、その結果を計算する：

$$\% \text{ 残留物} = \frac{\text{残留物の重量} \times 100}{\text{試料の重量}}$$

次いで粒子寸法分布をデータからプロットすることができる。

凝集体における化学的および／または物理的に異なる微粒子材料の量は凝集体の70～100重量%の範囲で変化することができ、存在すれば残部は後記する追加成分で構成される。凝集体における化学的および／または物理的に異なる微粒子材料の相対重量比は20:80～80:20、好ましくは25:75～75:25の範囲で変化することができる。

凝集体を構成する微粒子材料は互いに化学的および／または物理的に相違する。適する微粒子材料はたとえばシリカ、アルミナ、炭酸カルシウム、燐酸二カルシウム、ピロ燐酸カルシウム、ヒドロキシアパタイト、パーライト、ゼオライト、軽石、火山灰、ヘクトライト、サボナイト、アラゴナイト、ドロマイト、タルサイト、ヒドロキシルタルサイト、スパンゴライト、ジンサイト、ジンコシリケート、メタホスフェートおよびこれら材料の2種もしくはそれ以上の混合物などの微粒子研磨清浄剤を包含する。微粒子材料の混合物の例はシリカと炭酸カルシウム、シリカと燐酸二カルシウム、シリカとパーライト、研磨シリカと増粘シリカ、ヒドロキシアパタイトとシリカもしくはメタホスフェート、炭酸カルシウムと燐酸二カルシウムなどである。特に好適なものは研磨シリカと増粘シリカとの混合物である。

ガム質もしくは歯または口腔に治療効果をもたらす材料をこれら凝集体に含ませれば、これら凝集体の破碎もしくは崩壊に際し治療剤がゆっくり放出されて長時間にわたり薬剤の治療効果を与えるという他の利点を得られることも突き止められた。この種の治療剤の適する例はたとえばクエン酸亜鉛のような亜鉛塩；たとえばトリクロサンのような抗微生物剤；たとえば弗化ナトリウムおよびモノフルオロリン酸ナトリウムのような抗カリエス剤；たとえば第一ピロ燐酸錫のような抗菌垢剤；たとえばピロ燐酸ナトリウムおよびピロ燐酸カリウムのような抗菌石剤；たとえばカリウム塩もしくはストロンチウム塩のような抗感受性歯作用剤などである。

この点に関し、凝集体にクエン酸亜鉛を含ませれば（凝集体の25重量%まで、好ましくは12重量%まで）、この種の凝集体でその感覚的性質を練歯磨につき試験する際に熟練パネリストにより知覚される収斂性のレベルが顕著に減少することも驚くことに判明した。

以下、本発明を詳細に説明する。

本発明によれば、たとえば練歯磨のような経口組成物を歯ブラシにより口内で使用する場合、発生する剪断力

および／または破碎力は凝集体の粒子を所定の時間後に（好ましくは短時間後に）破壊させて使用者が受けるざらつき感触を排除するのに充分となる。

このことは、凝集体が適切なブラシ方式で通常発生する範囲の剪断力および／または破碎力の範囲内で崩壊するような物体強度を持つべきことを意味する。何故なら、特定箇所経時的に発生する相当変動する力は少なくともいくらかの凝集体を充分な程度まで清浄機能を果たすのに充分な長さにとり無傷に留めうるからである。

凝集体の平均破碎強度を調節することにより、たとえば特定種類の微粒子材料の供給源および／または製造過程にて凝集を行う方式を選択することにより、組成物の所定の歯ブラシ時間にわたり接触時間を調節するよう凝集体の破壊時間を調整することさえできる。

剪断力および／または破碎力の作用下で凝集体が破壊する場合、得られる平均粒子寸法（直径）は典型的には約60 μ 未満となる。この種の粒子寸法の減少は一般に口内のざらつき感触を防止すると共に、磨かれた歯の感触を付与する。

特に好適なものは、たとえばクロスフィールド・ケミカルズ社から商品名AC77として入手しうる低構造シリカのような研磨シリカである。各種の研磨微粒子材料の混合物も使用することができる。

凝集体中に使用しうる微粒子増粘剤はたとえば粘土のような任意適する微粒子増粘剤としうるが、好適なものは増粘シリカ、たとえば商品名サイデント22S（デグッサ社）として販売される増粘シリカである。他の適するシリカはたとえばゼオデント165（ゼオフィン社）、ソルボシルTC15（クロスフィールド・ケミカルズ社）、チクソシル43（ローン・ブーラン社）、サイロックス15X（W.R. グレース社）を包含する。

凝集体の多孔性により、たとえば着色顔料、不透明化剤、フレーバー、香料または他の化粧添加剤または前記したような歯治療剤および／または経口活性物質、たとえば弗素化合物、抗細菌剤、たとえばトリクロサンおよび亜鉛塩、たとえばクエン酸亜鉛、抗カリエス剤、抗菌石剤、抗感受性歯作用剤など各種の物質につき供給ベヒクルとして作用させることができる。この種の物質は材料の細孔内に含有させることができ（たとえば慣用技術により内部に導入）、さらに組成物の使用に際し粒子が破壊すると組成物を口内で使用する際（たとえば歯ブラシする際）これら物質が放出される。

上記したような凝集体を形成させるのに適する工業過

程は、適量の揮発性液体（たとえば水）で濡らした微粒子材料の混合物の噴霧乾燥；固体洗剤を粒状で作成する際に使用するものと同様な性質を有する物質の粒状化；および圧縮を包含する。この種の方法は当業界で承知されている。

本発明による歯研磨性清浄剤組成物において、凝集体のレベルはたとえば所望の最終製品の物理的形態に応じ広範囲とすることができる。

本発明による組成物は固体（たとえば慣用の歯磨粉と同様な形態）またはペースト、クリームもしくはゲル、たとえば慣用の練歯磨とすることができ、或いは液体とすることさえ可能である。

本発明の特に好適な組成物はペースト、ゲル、クリームもしくは液体の形態であり、その正確な物理的性質はたとえば固体と液体との比および／または液相の粘度を適当に調整して（たとえば、さらに下記するような添加成分の適する含有量を選択して）調節することができる。

本発明の特に好適な組成物において、凝集体は混入する組成物の媒体に対し不溶性とすべきである。本明細書において、「不溶性」という用語は凝集体が組成物中に未溶解または実質的に未溶解に留まって組成物の使用条件下での碎け易さおよび／したがって清浄／磨き機能を果たす能力が悪影響を受けないよう室温にて充分な不溶性を有することを意味する。好ましくは凝集体の不溶性レベルは、唾液の存在およびブラシ操作でしばしば使用される添加水によりたとえば練歯磨よりも高レベルの水を含有しうる組成物が使用される口腔内環境におけるその不溶性まで拡大する。

本発明の好適具体例において、凝集体は組成物中に約1～約99重量%、より好ましくは約2～約60%、一層好ましくは約3～約40%の量にて存在させる。液体組成物において、この好適範囲が特に適している。本発明のペースト組成物において、凝集体は好ましくは約1～約25重量%、より好ましくは約1～約15%、一層好ましくは約2～約10%の量にて存在させる。

本発明の歯研磨性清浄剤組成物は、下記するように1種もしくはそれ以上の追加成分を含有することができる。

本発明の歯研磨性清浄剤組成物は好ましくはアニオン型、非イオン型、両性イオン型および双性イオン型の表面活性剤、並びにその混合物から選択される1種もしくはそれ以上の表面活性剤を含み、これらは全て歯科および／または経口用途に適するものである。

適するアニオン型表面活性剤は石鹸、アルキルサルフェート、アルキルエーテルサルフェート、アルカリールスルホネート、アルカノイルイセチオネート、アルカノイルタウレート、アルキルスクシネート、アルキルスルホスクシネート、N-アルコイルサルコシネート、アルキルホスフェート、アルキルエーテルホスフェート、ア

ルキルエーテルカルボキシレートおよび α -オレフィンスルホネート、特にそのナトリウム、マグネシウム、アンモニウム塩、並びにモノー、ジ-およびトリ-エタノールアミン塩を包含する。アルキル基およびアシル基は一般に8～18個の炭素原子を有し、不飽和とすることができる。アルキルエーテルサルフェート、アルキルエーテルホスフェートおよびアルキルエーテルカルボキシレートは1分子当たり1～10個の酸化エチレン単位もしくは酸化プロピレン単位を有し、好ましくは1分子当たり2～3個の炭化エチレン単位を有する。

好適なアニオン型表面活性剤の例はラウリル硫酸ナトリウム、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ラウロイルサルコシン酸ナトリウムおよびココナッツモノグリセリドスルホン酸ナトリウムを包含する。

本発明の組成物中に使用するのに適する非イオン型表面活性剤は脂肪酸のソルビタンおよびポリグリセロールエステル、並びに酸化エチレン／酸化プロピレンブロックコポリマーを包含する。

本発明の組成物中に使用するのに適する両性イオン型表面活性剤はたとえばコカミドプロピルベタインおよびスルホベタインのようなベタイン類を包含する。

表面活性剤は本発明の歯研磨性清浄剤組成物中に約0.1～約3重量%の全量にて存在させることができる。

水が本発明の歯研磨性清浄剤組成物における他の好適成分であり、約1～約90重量%、好ましくは約10～約60%、より好ましくは約15～約50%の量にて存在させることができる。

本発明の練歯磨およびクリームはさらに保湿剤、たとえばグリセリン、ソルビトールシロップ、ポリエチレングリコール、ラクチトール、キシリトールおよび水素化コーンシロップのようなポリオール類をも含有することができる。存在させる場合、保湿剤の全量はたとえば組成物の重量に対し約10～約85重量%の範囲とすることができる。

本発明の歯研磨性清浄剤組成物においては、1種もしくはそれ以上の増粘剤および／または懸濁剤を含ませて、組成物に所望の物理的性質（たとえばペースト、クリームまたは液体のいずれか）を付与すると共に凝集体が組成物全体に安定に分散され続けるようにすることが特に好適である。

本発明の歯研磨性清浄剤組成物を増粘するのに特に好適な手段は、たとえば増粘シリカ（その例は既に上記した通りである）のような慣用の増粘材料を含ませることである。

他の適する懸濁剤／増粘剤は当業界で周知され、たとえばポリアクリル酸、アクリル酸のコポリマーおよび架橋ポリマー、アクリル酸と疎水性モノマーとのコポリマー、カルボン酸含有モノマーとアクリルエステルとのコポリマー、アクリル酸とアクリル酸エステル、エチレングリコールのエステルもしくはポリエチレングリコール

のエステル（たとえばその脂肪酸エステル）との架橋コポリマー、ヘテロポリサッカリドガム、並びにたとえばナトリウムカルボキシメチルセルロースのようなセルロース誘導体を包含する。

特に適する増粘剤はたとえばキサンタンガムおよびグアヤガムのようなヘテロポリサッカリドガムである。

増粘剤および／または懸濁剤（これは単独で或いは2種もしくはそれ以上のこれら材料の混合物として使用しうる）は組成物中にシリカ増粘剤につき約0.1～約50重量%、好ましくは約5～約15%の全量にて、また好ましくはポリマー懸濁剤につき約0.1～約5%の全量にて存在させることができる。

本発明の組成物は、歯研磨性清浄剤組成物に従来見られる1種もしくはそれ以上の他の成分をも含有することができる。適する追加成分は次のものを包含する：着香物質、たとえばペパーミント、スペアミント；人口甘味料；香料もしくは口臭除去物質；光沢剤；ペルオキシ化合物、たとえば過酸化水素もしくは過酢酸；不透明化剤；顔料および着色料；保存料；保湿剤；弗化物含有化合物；抗カリエス剤；抗菌垢剤；治療剤、たとえばクエン酸亜鉛、トリクロサン（チバ・ガイギー社）；蛋白質；塩類；pH調整剤。さらに、組成物は一般に追加の研磨清浄剤、たとえば研磨性シリカ、チョーク、水和アルミナ、磷酸カルシウム、ピロ磷酸カルシウム、ヒドロキシアパタイト、不溶性メタホスフェートなどを5～60重量%の量にて含む。

本発明による組成物は、歯研磨性清浄剤組成物を作成する慣用方法により作成することができる。ペーストお

よびクリームは高剪断混合システムを減圧下で用いる慣用技術により作成することができ、たとえば本発明の特徴である凝集体を予備混合されたベース組成物に第2工程で添加し、この第2工程は低剪断条件下で分散／混合を行うことからなっている。

本発明による組成物の作成には、行われる任意の混合工程を本発明の凝集体が粒子を破碎させるような充分大きい力を受けないよう充分低い剪断および／または速度にて行うのが一般に重要である。

本発明の歯研磨性清浄剤組成物はたとえば練歯磨のような慣用の歯研磨性清浄剤組成物と同様に使用することができ、すなわち適量の組成物を歯ブラシに施し或いは必要に応じ若干の水を加えながら歯に直接施し、スラリーを必要もしくは所望に応じ歯、ガム質および／または他の口部分に作用させて凝集体の性質を所定の口腔内表面に發揮させる。凝集体の碎け易さにより、使用者が受けるざらつき感は直ちに消失して、凝集体がその清浄機能を果たした直後に組成物はさらに自由に磨きをかけ続け或いはたとえば組成物における他の成分に起因する1つもしくはそれ以上の他の作用を与える。最後に口を通常の経口製品と同様に水で濯ぐことができる。この使用手順を所望ならば多数回反復することができる。

以下、実施例により本発明をさらに説明する。

実施例1

次の微粒子シリカ材料を配合すると共に、クエン酸亜鉛三水塩および／または二酸化チタンと混合して緊密混合物を得た：

	1 重量部	2 重量部
ソルボシル A C 7 7 (＊)	4 3 . 1 5	4 8 . 5
ソルボシル T C 1 5 (＊)	4 3 . 1 5	4 8 . 5
二酸化チタン	3 . 0	3 . 0
クエン酸亜鉛三水塩	1 0 . 7	0 . 0

シリカは次の性質を有した：

	ソルボシル A C 7 7	ソルボシル T C 1 5
表面積 m^2 / g	1 2 0	2 6 0
a v . D_{10}	2 . 7	5 . 6
a v . D_{50}	8 . 1	1 2 . 9
a v . D_{90}	1 7 . 8	2 9 . 3

(*) : ジョセフ・クロスフィールド・アンド・サンズ、
英国から入手。

この混合物に水を添加して1.33～1の水：固形物比を与え、得られた配合物をバングラニューレータで粒状化させた。

次いで、得られた湿潤凝集体を120℃のオープン内で4時間にわたり乾燥させ、或いは流動床乾燥器で30分にわたり部分乾燥させると共に上記と同じ温度にて2時間にわたりオープン内で仕上げた。粒子寸法分布を150 μ および400 μ で篩分けして調整した。

シリカおよび凝集体の重量平均粒子寸法を、MS15試料提供ユニットを備えたマルバーン・マスターサイザー・モデルXにより測定した。シリカを超音波により分散さ

せ、凝集体を機械攪拌した後、これらを検出系にテ300 μ レンズを用い装置に関する取扱説明書に要約された測定手順にかけた。

上記のように凝集体の重量平均粒子寸法分布を測定した後、さらに凝集体の試料を設定100とする超音波により2分間分散させ、次いで測定手順にかけた。次いで D_{10} 、 D_5 および D_0 を粒子寸法分布から内挿し、超音波にかけた後に得られた数値が高いほど凝集体は頑丈である。

次の結果が得られた：

	超 音 波	D_{10}	D_{50}	D_{90}
組 成 物 1	0	1 9 3	3 3 4	5 0 2
	1 0 0	3 . 3	1 4 . 3	4 2
組 成 物 2	0	2 6 8	3 9 1	5 3 9
	1 0 0	3 . 3	1 2	3 9

組成物1の凝集体を用いて練歯磨を作成し、この練歯磨は次の処方を含む：

成 分

ソルビトールシロップ、70%

弗化ナトリウム

サッカリン

二酸化チタン

ポリエチレングリコール (MW1500)

%w/w

45.00

0.32

0.20

0.10

5.00

50 水

ブルーno. 1

研磨シリカ (AC77)

増粘剤シリカ (TC15)

セルロースガム (CMC9)

ラウリル硫酸ナトリウム

香料

組成物1の凝集体

0.0003

8.00

7.00

0.80

1.80

1.20

7.00

100まで

この処方物(A)を熟練したパネリストによる定性分析試験にかけ、ここで比較目的の試験については処方物EP 269,966号によるゼオライト凝集体を用いる処方

物(B)と対比した。

次の結果が得られた(0~10の尺度を用いる)：

	可視性	硬 度	破壊の容易さ
処方物 A	5 . 5	3 . 7	7 . 7
処方物 B	6 . 0	4 . 0	7 . 0

組成物1の凝集体におけるTC15のAC77に対する比を75:2

5(C)まで変化させた場合、次のデータが得られた：

	可視性	硬 度	破壊の容易さ
処方物 C	4 . 1	4 . 2	6 . 8

実施例 2

の結果を得た：

実施例1を反復したが、組成物2の凝集体を用いて次 20

	可視性	硬 度	破壊の容易さ
処方物 A'	7 . 1	6 . 5	5 . 1
処方物 B'	6 . 0	4 . 0	7 . 0

組成物2の凝集体におけるTC15のAC77に対する比を25:7

5(D)まで変化させた場合、次のデータが得られた：

	可視性	硬 度	破壊の容易さ
処方物 D	4 . 1	5 . 1	6 . 4

実施例 3

凝集体におけるクエン酸亜鉛の保持に関し組成物1の凝集体を試験した。凝集体を水中にスラリー化させ(実施例1)ると共にソルビトール/水混液(実施例2)に

スラリー化させ、水またはソルビトール/水混液に放出される亜鉛イオンの量を種々の間隔で測定した。次の結果が得られた：

% Zn 溶解度				
時間 (min)	60	480	1440	2880
実施例 1	36.57	35.45	36.29	34.94
実施例 2	12.24	12.25	13.47	13.29

歯ブラシした際の凝集体からの亜鉛の放出も歯みがき装置 50 置を用いて測定した。2分間の歯ブラシ処理の後、滑ら

かな表面を用いた場合は利用しうる亜鉛の60%が放出され、ざらつき表面を用いた場合は70%が放出されると判明した。

实施例 4

クエン酸亜鉛を含有する市販の練歯磨（メンタデント P）と処方物 A との比較を、製品の収斂性に関し熟練パネリストにより定性分析試験で行った。メンタデント P につき 7.6 の数値が得られ、処方物 A については 4.0 の数値であった。

实施例 5

一連の各凝集体を作成し、練歯磨処方物AもしくはBにてその感覚特性につき3名のパネルにより試験した。

練歯磨処方物Aは次の通りであった：

成分	重量%
ソルビトール (70%)	45
サッカリン	0.2
弗化ナトリウム	0.32
二酸化チタン	0.1
ポリエチレングリコール (MW1500)	5
ブルーno. 1	0.0005
研磨シリカ	8
増粘剤シリカ	7
カルボキシメチルセルロース (CMC9)	0.8
ラウリル硫酸ナトリウム	1.8
香料	1
凝集体	7
水	100まで

練歯磨処方物Bは次の通りであった：

成分	重量%	
グリセロール	35	30
サッカリン	0.27	
弗化ナトリウム	0.32	
二酸化チタン	1	
ポリエチレングリコール (MW1500)	5	
研磨シリカ	8	
増粘剤シリカ	7	
重炭酸ナトリウム	10	
カルボキシメチルセルロース (CMC9)	0.7	
ラウリル硫酸ナトリウム	1.8	
香料	1.5	10
凝集体	7	
水	100まで	

凝集体は全て150~400 μ の範囲の粒子寸法分布を有し、凝集体を作成した微粒材料は全て本明細書に特定した範囲の粒子寸法分布を有した。

凝集体は次の組成を有した：

[illegible]

感覚特性試験の結果は次の通りであった：

No.	重 量 %										
	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22
炭酸カルシウム	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
燐酸二カルシウム	50	50	45	--	--	67	45	--	--	33	30
増粘シリカ	25	--	22.5	25	22	--	--	--	--	17	15
研磨シリカ	25	--	22.5	25	22	--	--	--	--	17	15
バーライト	--	50	--	--	--	--	45	50	45	--	--
重炭酸ナトリウム	--	--	--	50	46	--	--	--	--	33	30
クエン酸亜鉛	--	--	10	--	10	--	10	--	10	--	10
ピロリン酸カルシウム	--	--	--	--	--	33	--	50	45	--	--

凝 集 体	練 歯 磨	粒 子 の 知 覚	使 用 時 の 口 感 触
1	B	極めて良好	良 好
2	B	良 好	良 好
3	B	殆どなし	貧 弱
4	B	極めて良好	良 好
5	B	良 好	良 好
6	B	殆どなし	貧 弱
7	B	殆どなし	貧 弱
8	B	極めて良好	良 好
9	B	極めて良好	良 好
1 0	A	極めて良好	良 好
1 1	A	殆どなし	貧 弱
1 2	A	極めて良好	良 好
1 3	A	極めて良好	ざらつき
1 4	A	極めて良好	殆どざらつきなし
1 5	B	極めて良好	良 好
1 6	B	極めて良好	良 好
1 7	A	極めて良好	ざらつき
1 8	A	極めて良好	ざらつき
1 9	A	極めて良好	ざらつき
2 0	A	極めて良好	良 好
2 1	A	極めて良好	ざらつき
2 2	A	極めて良好	ざらつき

乾式圧縮ルートにより作成した次の凝集体をも練歯磨処方物Aにて試験し、これらは良好な口感触にて極めて良好に知覚しえた。凝集体は150～400 μ の粒子寸法分布

を有し、凝集体を作成した粒子材料は本明細書に特定した範囲の粒子寸法分布を有した。

凝集体の次の組成を有した：

No.	1	2	3	4	5	6	7	8
研磨シリカ	10.3	23.81	26.3	23.3	27.65	24.5	36	41
増粘シリカ	10.3	23.81	26.3	23.3	27.65	24.5	36	41
二酸化チタン	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.9	3.0	3.0
カリウム	76.4	43.3	--	--	--	--	--	--
クエン酸亜鉛	--	6.08	--	5.95	--	6.25	10.71	10.7
ピロリン酸四カリウム	--	--	24.6	24.6	--	--	--	--
ピロリン酸四ナトリウム	--	--	19.8	19.8	--	--	--	--
硝酸カリウム	--	--	--	--	41.7	41.7	--	--
第一ピロリン酸錫	--	--	--	--	--	--	14.29	--
トリクロサン	--	--	--	--	--	--	--	4.3

フロントページの続き

(58) 調査した分野(Int. Cl. ⁷, DB名)

A61K 7/00 - 7/50

W P I L (DERWENT)

* NOTICES *

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

This invention relates to the gear-tooth polish nature detergent constituent for using it within human being's opening. Floc gives the sensuous operation which may be perceived on the occasion of use of a gear-tooth polish nature detergent constituent more to a gear-tooth polish nature detergent constituent about the gear-tooth polish nature detergent constituent which contains the floc of a particle ingredient in a detail. Especially this invention relates to the gear-tooth polish nature detergent constituent containing the condensed particle ingredient which gives the detergent action which contains the gear-tooth polish nature detergent of a particle at least, and may be perceived on feeling to a gear-tooth polish nature detergent constituent.

The gear-tooth polish nature detergent constituent of the above-mentioned class is already proposed in this industry. For example, the gear-tooth polish nature detergent constituent containing the particle created from the gear-tooth polish nature detergent of the particle condensed with the organic or inorganic binder is indicated by EP-A - 269,966 [No.], EP-A -473,171 [No.], and GB-A -2,252,042 [No.]. In case this kind of gear-tooth polish nature detergent constituent is used within opening, a consumer perceives existence of these particles. A particle "is crushed" by the pressure of a gear-tooth brush, in case this gives a consumer the sensuous consciousness of the clarification effectiveness and their teeth are further brushed with these gear-teeth polish nature detergent constituent. Thereby, a particle is divided to a still smaller particle, scouring is given, and a consumer perceives this sensuously by the gear-tooth polish nature detergent constituent and the feel with a smooth gear tooth. The example of a type of this kind of particle consists of a zeolite and a colloid silica, and also contains the ethyl cellulose as the alumino meta-magnesium silicate or binder as a binder further.

The gear-tooth polish nature detergent constituent which has the polish particle which is easy to break under the service condition of a constituent is indicated by GB-A - 2,272,640 [No.]. These particles are created from the gear-tooth polish nature detergent of a particle, for example like a silica condensed by processing bywater, and subsequent desiccation, without using an inorganic or organic water-insoluble nature binder.

Although the proposal of these former may bring about the gear-tooth polish nature detergent constituent which can give a sensuous operation of a certain kind, its operation of this kind is not very remarkable in some respects. When making the mixture of an ingredient which is furthermore variously different condense, this needs use of an organic or inorganic binder, and makes manufacture of these flocs much more expensive.

An organic and/or inorganic binder is not included substantially this time. (A) D10 is

equal to 50 micrometers, or while being size from it, D90 is equal to 2000 micrometers, or are the floc which has a particle dimension which is smallness from it and has D50 of the range of 80-1500 micrometers, and floc consists of at least two sorts of particle ingredients. Said ingredients differ chemically and/or physically mutually. (B) D10 is equal to 0.1 micrometers, or from it, at least one sort of particle ingredients have a particle dimension which D90 is equal to 80 micrometers, or is smallness and has D50 of the range of 4-35 micrometers from it while being size. Furthermore, as for at least one sort of other particle ingredients of (C), D10 is equal to 0.1 micrometers, or while being size from it, D90 is equal to 100 micrometers, or the floc which has a particle dimension which is smallness and has D50 of the range of 9-70 micrometers from it. It traced bringing about the gear-tooth polish nature detergent constituent given in case this kind for toothbrushing by the detergent action and scouring which may be perceived on feeling to a consumer when it mixes into a gear-tooth polish nature detergent constituent of gear-tooth polish nature detergent constituent is used.

D10 is 10 or less % of the weight of a particle dimension to the whole quantity of a particle, for example, D10 [50-micrometer] means that 10 or less % of the weight of the whole quantity of a particle may have 50 micrometers or a particle dimension not more than it. D50 is the particle dimension [as / whose 50% of the weight of the whole quantity of a particle is smallness more] while 50% of the weight of the whole quantity of a particle is size more.

D90 is the particle dimension [as / whose 90% of the weight of the whole quantity of a particle is smallness equally or more].

The suitable numeric value is as follows about D10, D90, and D50 of (A). : It is especially $\geq 150\text{micro}$ $10 \geq 100\text{micro}$ of D. It is especially $\leq 1000\text{micro}$ $90 \leq 1500\text{micro}$ of D. They are 200-especially 600micro $50 = 150-800\text{micro}$ of D.

These numeric values are as follows about (B). : It is especially $\geq 2.5\text{micro}$ $10 \geq 2\text{micro}$ of D. It is especially $\leq 40\text{micro}$ $90 \leq 65\text{micro}$ of D. $D50 = 6-20\text{micro}$.

These numeric values are as follows about (C). : It is especially $\geq 4\text{micro}$ $10 \geq 3\text{micro}$ of D. It is especially $\leq 50\text{micro}$ $90 \leq 80\text{micro}$ of D. $D50 = 10-40\text{micro}$.

All the above-mentioned particle dimensions are measured using the Malvern Master sizer model X equipped with MG15 sample offer unit, and they use 300micro lens for a detection system while they use the measurement procedure summarized by the operation manual at that time.

Much more exact measurement of right particle dimension distribution of floc is obtained using sieve analysis.

A 100g sample is put on the top screen of a series of BS screens at intervals of about 50micro between 45-600micro. These screens are arranged in sequence from which a pars basilaris ossis occipitalis becomes most minutely the biggest and roughest [the crowning of a laminating screen]. These screens are put into a mechanical vibration machine (for example, in KURINO mechanical sheave SHIEKA by Pascal Engineering Company, Limited), and while putting a lid, a shaking is carried out for 10 minutes. Weighing capacity of each screen fraction is carried out correctly, and the

result is calculated. :

Subsequently, particle dimension distribution can be plotted from data.

If the amount of a particle ingredient different chemically and/or physically in floc can change in 70 - 100% of the weight of the range of floc and exists, the remainder consists of additional components which carry out a postscript. the phase tare

quantitative ratio of a particle ingredient different chemically and/or physically in floc -- 20:80-80:20 -- it can change in 25:75-75:25 preferably.

The particle ingredient which constitutes floc is physically [chemically and/or] different mutually. A suitable particle ingredient includes particle polish detergent, such as mixture beyond two sorts or it of a silica, an alumina, a calcium carbonate, phosphoric acid dicalcium, calcium pyrophosphate, hydroxyapatite, a pearlite, a zeolite, a pumice, volcanic ash, hectorite, saponite, aragonite, a dolomite, Tulsa Ito, hydronalium KISHITA Lucite, a spangolite, a gin site, JINKO silicate, meta-phosphate, and these ingredients. The examples of the mixture of a particle ingredient are a silica, a calcium carbonate and a silica, phosphoric acid dicalcium and a silica, a pearlite and a polish silica, a thickening silica, hydroxyapatite and a silica or meta-phosphate, a calcium carbonate, phosphoric acid dicalcium, etc. Especially a suitable thing is the mixture of a polish silica and a thickening silica.

When the ingredient which brings a curative effect to a gums, a gear tooth, or the oral cavity was included in these flocs, it was also traced that other advantages of a therapy agent being slowly emitted on the occasion of crushing or collapse of these flocs, and giving the curative effect of drugs over long duration are acquired. The example for which this kind of therapy agent is suitable is an anti-susceptibility gear-tooth agent like anti-dental-calculus agent; for example, potassium salt, like anti-carries agent; for example, anti-dental plaque agent; like the first pyrophosphoric acid tin, like zinc salt; like citric-acid zinc, for example, antimicrobial agent; like triclosan, for example, specific fluoride, and mono-fluorophosphoric acid sodium, for example, specific pyrophosphate, and tetrapotassium pyrophosphate, or a strontium salt etc. when citric-acid zinc was included in floc about this point, and examining that sensuous property per tooth paste by this kind of floc to 12 % of the weight up to 25% of the weight of floc -- desirable, it became clear for that the astringent level perceived by the skillful panelist decreases notably to be also surprised.

Hereafter, this invention is explained to a detail.

when using an oral constituent like tooth paste within opening with a gear-tooth brush, for example according to this invention, the shearing force and/or the crushing force to generate eliminate the rough deposit feel from which it is made to destroy (desirable -- a short time of after), and a user receives the particle of floc after predetermined time amount -- enough -- ** -- it becomes.

This means what it should have for the body reinforcement about which floc collapses within the limits of the shearing force of the range usually generated by the suitable brush method, and/or the crushing force. It is because the force which is generated with time in a specific part and which carries out considerable fluctuation is sufficient for sufficient die length to achieve a clarification function and can stop some flocs flawlessly to sufficient extent at least.

By adjusting the average crushing reinforcement of floc, it can even perform adjusting the time to failure of floc so that contact time may be adjusted over the predetermined gear-tooth brush time amount of a constituent by choosing the method which condenses in the source of supply and/or manufacture process of a particle ingredient of for example, a specific class.

When floc breaks under an operation of shearing force and/or the crushing force, the average particle dimension (diameter) obtained is typically set to less than about 60micro. Decrease of this kind of particle dimension gives the feel of the brushed gear tooth while preventing the rough deposit feel in opening generally.

Especially a suitable thing is a polish silica like the low structure silica which may come to hand as a trade name AC 77 from a cross field chemicals company. The

mixture of various kinds of polish particle ingredients can also be used.

Although the particle thickener which can be used into floc can be used as a particle thickener like clay which carries out arbitrary **, a suitable thing is a thickening silica, for example, the thickening silica sold as trade name SAIDENTO 22S (Degussa). The silica for which others are suitable includes ZEODENTO 165 (ZEOFIN), SORUBOSHIRU TC 15 (cross field chemicals company), CHIKUSOSHIRU 43 (loan PURAN), and SAIROKKUSU 15X (W. R. grace company).

It can be made to act as a supply vehicle with the porosity of floc per various kinds of matter, such as a color pigment, opaquer, a flavor, perfume, other makeup additives or a gear-tooth therapy agent that was described above and/or an oral active substance, for example, a fluoride, an anti-bacteria agent, for example, triclosan, and zinc salt, for example, citric-acid zinc, an anti-caries agent, an anti-dental-calculus agent, and an anti-susceptibility gear-tooth agent. This kind of matter can be made to contain in the pore of an ingredient (it introduces into the interior for example, with a common use technique), and these matter is emitted in case a constituent will be used within opening (for example, when a gear-tooth brush is carried out), if a particle breaks on the occasion of use of a constituent further.

Spray drying of the mixture of the particle ingredient which soaked the industrial process of being suitable for making floc which was described above forming in the volatile fluid (for example, water) of optimum dose; granulation [of the matter]; and compression which have the same property as what is used in case it is granular and a solid-state detergent is created are included. It consents to this kind of approach in this industry.

In the gear-tooth polish nature detergent constituent by this invention, level of floc can be made wide range according to the physical gestalt of a desired final product. It is even possible to be able to make the constituent by this invention into a solid-state (for example, the same gestalt as the toothbrushing powder of common use) or a paste, a cream, or gel, for example, the tooth paste of common use, or to consider as a liquid.

Especially the suitable constituent of this invention is the gestalt of a paste, gel, a cream, or a liquid, the ratio of a solid-state and a liquid and/or the viscosity of the liquid phase can be adjusted suitably, and the exact physical property can adjust them (choosing the content for which an addition component which carries out the following further is suitable, for example).

In the suitable constituent of this invention, floc should consider as insolubility to the medium of the constituent to mix especially. In this specification, as for the vocabulary "insolubility", floc means in a constituent that un-dissolving or the capacity to stop at un-dissolving substantially and to achieve the ease of breaking under the service condition of a constituent and/, therefore clarification / polishing function has insolubility sufficient at a room temperature so that a bad influence may not be received. The insoluble level of floc is preferably expanded to the insolubility in the oral cavity milieu interne for which the constituent which may contain the water of a high level rather than tooth paste with the addition water often used by existence of saliva and brush actuation is used.

Floc is made to exist [about 1 - 99 % of the weight of abbreviation] in the amount of about 3 - 40% of abbreviation much more preferably about 2 - 60% of abbreviation more preferably in a constituent in the suitable example of this invention. In the liquid constituent, especially this optimum range is suitable. Floc is made to exist [about 1 - 25 % of the weight of abbreviation] in the amount of about 2 - 10% of abbreviation much more preferably about 1 - 15% of abbreviation more preferably in the paste

constituent of this invention.

The gear-tooth polish nature detergent constituent of this invention can contain one sort or the additional component beyond it so that the following may be carried out. These are all suitable for dentistry and/or an oral application including one sort or the surface active agent beyond it with which the gear-tooth polish nature detergent constituent of this invention is preferably chosen as the surface active agent of an anion mold, a non-ion mold, a dipolar ion mold, and a zwitter-ion mold, and a list from the mixture.

A suitable anion mold surface active agent includes Monod, G, and the Tori-ethanolamine salt in soap, alkyl sulfate, alkyl ether sulfate, ARUKA reel sulfonate, alkanoyl isethionate, alkanoyl taurate, alkyl succinate, alkyl sulfo succinate, N-ARUKOIRU sarcosinate, alkyl phosphate, alkyl ether phosphate, alkyl ether carboxylate and alpha olefin sulfonate especially its sodium, magnesium, ammonium salt, and a list. Generally an alkyl group and an acyl group have 8-18 carbon atoms, and can be made unsaturated. Alkyl ether sulfate, alkyl ether phosphate, and alkyl ether carboxylate have 1-10 the ethylene oxide units or propylene-oxide units per molecule, and have 2-3 carbonization ethylene units per molecule preferably.

The example of a suitable anion mold wetting agent includes sodium lauryl sulfate, sodium dodecylbenzenesulfonate, lauroyl sarcosine acid sodium, and coconut monoglyceride sulfonic-acid sodium.

The non-ion mold wetting agent suitable for using it into the constituent of this invention includes ethylene oxide / propylene-oxide block copolymer in the sorbitan of a fatty acid and poly glycerol ester, and a list.

The dipolar ion mold wetting agent suitable for using it into the constituent of this invention includes the betaines like for example, a cocamide propyl betaine and sulfobetaine.

A surface active agent can be made to exist in the gear-tooth polish nature detergent constituent of this invention in the whole quantity of about 0.1 - 3 % of the weight of abbreviation.

Water is other suitable components in the gear-tooth polish nature detergent constituent of this invention, and it can be made to exist [about 1 - 90 % of the weight of abbreviation] in the amount of about 15 - 50% of abbreviation more preferably about 10 - 60% of abbreviation.

The tooth paste and the cream of this invention can contain the polyols still like a moisturizer, for example, a glycerol, sorbitol syrup, a polyethylene glycol, the Lacty toll, xylitol, and hydrogenation corn syrup. When making it exist, the whole quantity of a moisturizer can be made into the range of about 10 - 85 % of the weight of abbreviation to the weight of a constituent.

In the gear-tooth polish nature detergent constituent of this invention, while including the thickener and/or suspension beyond one sort or it and giving a desired physical property (either [for example,] a paste, a cream or a liquid) to a constituent, especially the thing that floc continues to be made to be distributed at the whole constituent by stability is suitable.

An especially suitable means to thicken the gear-tooth polish nature detergent constituent of this invention is including the thickening ingredient of common use like for example, a thickening silica (the example's is as having already described above). The suspension/thickener for which others are suitable are well-known in this industry, for example, includes a cellulosic like for example, a sodium carboxymethyl cellulose in a bridge formation copolymer with the copolymer of polyacrylic acid and an acrylic acid and crosslinked polymer, the copolymer of an acrylic acid and a

hydrophobic monomer, the copolymer of a carboxylic-acid content monomer and acrylic ester, an acrylic acid and acrylic ester, the ester of ethylene glycol, or the ester (for example, the fatty acid ester) of a polyethylene glycol, hetero polysaccharide gum, and a list.

Especially suitable thickeners are xanthan gum and hetero polysaccharide gum like GUAYAGAMU.

a thickener and/or suspension (this -- independent -- or it can be used as mixture of these ingredients beyond two sorts or it) -- the inside of a constituent -- per silica thickener -- about 0.1- about 50 % of the weight -- desirable -- about 5- about 15% of whole quantity -- moreover -- desirable -- per polymer suspension -- about 0.1- it can be made to exist in about 5% of the whole quantity

The constituent of this invention can contain other components beyond one sort conventionally looked at by the gear-tooth polish nature detergent constituent or it. : in which the additional component for which are suitable includes the following -- aromatizing matter, for example, peppermint, spearmint; population sweeteners; perfume, or ozostomia removal matter; brightener; -- peroxy compound, for example, hydrogen peroxide, or peracetic-acid; opaquer; pigment, and coloring agent; preservatives; moisturizer; fluoride content compound; -- an anti-carries agent; anti-dental plaque agent; therapy agent, for example, citric-acid zinc, and a triclosan (Ciba-Geigy); protein; salts;pH regulator. Furthermore, generally a constituent contains additional polish detergent, for example, a polish nature silica, a choke, a hydration alumina, calcium phosphate, calcium pyrophosphate, hydroxyapatite, insoluble meta-phosphate, etc. in 5 - 60% of the weight of an amount.

The constituent by this invention can be created by the common use approach which creates a gear-tooth polish nature detergent constituent. A paste and a cream can be created with the common use technique used under reduced pressure of a high shearing-mixing system, for example, the floc which is the description of this invention is added at the 2nd process to the base constituent by which preliminary mixing was carried out, and this 2nd process consists of performing distribution/mixing under low shear conditions.

Generally it is important for creation of the constituent by this invention to carry out at sufficiently low shear and/or rate so that sufficient large force which the floc of this invention makes crush a particle for the mixed process of the arbitration performed may not be received.

Being able to use it like the gear-tooth polish nature detergent constituent of common use like tooth paste, giving the constituent of optimum dose to a gear-tooth brush, or adding some water if needed, the gear-tooth polish nature detergent constituent of this invention makes direct almsgiving and a slurry act on a gear tooth at a gear tooth, a gums, and/or other opening parts according to the need or a request, and makes a predetermined oral cavity internal surface demonstrate the property of floc. By the ease of breaking of floc, immediately after the feeling of a rough deposit which a user receives disappears immediately and floc achieves the clarification function, a constituent continues applying polishing still more freely, or gives other operations beyond one resulting from other components in a constituent, or it. Finally opening can be rinsed with water like the usual oral product. This procedure used can be repeated many times, if it is a request.

Hereafter, an example explains this invention further.

Example 1 While blending the following particle silica ingredient, it mixed with the citric-acid zinc Samizu salt and/or the titanium dioxide, and close mixture was obtained. :

	1 重量部	2 重量部
ソルボシル A C 7 7 (＊)	4 3 . 1 5	4 8 . 5
ソルボシル T C 1 5 (＊)	4 3 . 1 5	4 8 . 5
二酸化チタン	3 . 0	3 . 0
クエン酸亜鉛三水塩	1 0 . 7	0 . 0

The silica had the following property. :

	ソルボシル A C 7 7	ソルボシル T C 1 5
表面積 m^2 / g	1 2 0	2 6 0
a v . D ₁₀	2 . 7	5 . 6
a v . D ₅₀	8 . 1	1 2 . 9
a v . D ₉₀	1 7 . 8	2 9 . 3

(＊) : ジョセフ・クロスフィールド・アンド・サンズ、
英国から入手。

Water was added into this mixture, the water:solid ratio of 1.33-1 was given, and the obtained compound was made to granulate by pan granulator. Subsequently, while drying the obtained humid floc over 4 hours within 120-degree C oven or carrying out partial desiccation over 30 minutes with the fluid bed oven, it finished within oven over 2 hours at the same temperature as the above. Particle dimension distribution was sifted out and adjusted by 150micro and 400micro. The silica and the weighted mean particle dimension of floc were measured with the Malvern Master sizer model X equipped with MS15 sample offer unit. After distributing the silica with the supersonic wave and carrying out machine churning of the floc, these were applied to the measurement procedure which used the TE 300micro lens for the detection system, and was summarized by the operation manual about equipment. After measuring weighted mean particle dimension distribution of floc as mentioned above, further, the supersonic wave considered as setup 100 was made to distribute

for 2 minutes, and, subsequently to a measurement procedure, the sample of floc was applied. Subsequently, floc is so strong that the numeric value acquired after interpolating D10, D50, and D90 from particle dimension distribution and applying to a supersonic wave is high.

The following result was obtained. :

	超 音 波	D 10	D 50	D 90
組 成 物 1	0 1 0 0	1 9 3 3 . 3	3 3 4 1 4 . 3	5 0 2 4 2
組 成 物 2	0 1 0 0	2 6 8 3 . 3	3 9 1 1 2	5 3 9 3 9

It is :** in which tooth paste is created using the floc of a constituent 1, and this tooth paste has the next formula. Part %w/w Sorbitol syrup, 70% 45.00 Specific fluoride 0.32 Saccharin 0.20 Titanium dioxide 0.10 Polyethylene glycol (MW1500) 5.00 Blue no.1 A 0.0003 polish silica (AC77) 8.00 Thickener silica (TC15) 7.00 Cellulose gum (CMC9) 0.80 Sodium lauryl sulfate 1.80 Flavoring 1.20 Floc of a constituent 1 7.00 Water Up to 100 This formula object (A) is covered over the qualitative-analysis trial by the skilled panelist, and it is the formula object EP about the trial for the purpose of a comparison here. It contrasted with the formula object (B) using the zeolite-floc by No. 269,966.

The following result was obtained. : (the scale of 0-10 is used)

	可 視 性	硬 度	破 壊 の 容 易 さ
処 方 物 A	5 . 5	3 . 7	7 . 7
処 方 物 B	6 . 0	4 . 0	7 . 0

The following data were obtained when changing the ratio to AC77 of TC15 in the floc of a constituent 1 to 75:25 (C). :

	可 視 性	硬 度	破 壊 の 容 易 さ
処 方 物 C	4 . 1	4 . 2	6 . 8

Example 2 Although the example 1 was repeated, the following result was obtained

using the floc of a constituent 2. :

	可 視 性	硬 度	破 壊 の 容 易 さ
処 方 物 A '	7 . 1	6 . 5	5 . 1
処 方 物 B '	6 . 0	4 . 0	7 . 0

The following data were obtained when changing the ratio to AC77 of TC15 in the floc of a constituent 2 to 25:75 (D). :

	可 視 性	硬 度	破 壊 の 容 易 さ
処 方 物 D	4 . 1	5 . 1	6 . 4

Example 3 The floc of a constituent 1 was examined about maintenance of the citric-acid zinc in floc. Made floc slur underwater (example 1), a sorbitol / water mixture (example 2) was made to slur with **, and the amount of the zinc ion emitted to water or a sorbitol / water mixture was measured at the various spacing. The following result was obtained. :

% Z n 溶 解 度				
時 間 (m i n)	6 0	4 8 0	1 4 4 0	2 8 8 0
実 施 例 1	3 6 . 5 7	3 5 . 4 5	3 6 . 2 9	3 4 . 9 4
実 施 例 2	1 2 . 2 4	1 2 . 2 5	1 3 . 4 7	1 3 . 2 9

Emission of the zinc from the floc at the time of carrying out a gear-tooth brush was also measured using dentifrice equipment. After the gear-tooth brush processing for 2 minutes, when a smooth front face was used, 60% of the zinc which can be used was emitted, and when a rough deposit front face was used, it became clear that 70% is emitted.

Example 4 The skillful panelist performed the comparison with the commercial tooth paste (mentor dent P) and the formula object A containing citric-acid zinc by the qualitative-analysis trial about the astringency of a product. The numeric value of per 7.6 the mentor dent P was acquired, and it was the numeric value of 4.0 about the formula object A.

Example 5 Each of a series of floc was created and it examined by the panel of trinominal per the feeling property by the tooth paste formula objects A and B. : whose tooth paste formula object A was as follows -- ** a part -- A weight %

sorbitol (70%) 45 Saccharin 0.2 Specific fluoride 0.32 Titanium dioxide 0.1
Polyethylene glycol (MW1500) 5 Blue no.1 0.0005 polish silica 8 A thickener silica 7
Carboxymethyl cellulose (CMC9) 0.8 Sodium lauryl sulfate 1.8 Flavoring 1 Floc 7
Water To 100 : whose tooth paste formula object B was as follows -- ** a part --
Weight % glycerol 35 Saccharin 0.27 specific fluorides 0.32 titanium dioxides 1
Polyethylene glycol (MW1500) 5 Polish silica 8 Thickener silica 7 Sodium
bicarbonate 10 Carboxymethyl cellulose (CMC9) 0.7 Sodium lauryl sulfate 1.8
Flavoring 1.5 Floc 7 Water Up to 100 All flocs had particle dimension distribution of
the range of 150-400micro, and all the particle ingredients that created floc had
particle dimension distribution of the range pinpointed on these specifications.

[illegible][illegible]

重 量 %													
No.	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22		
炭酸カルシウム	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--		
磷酸二カルシウム	50	50	45	--	--	67	45	--	--	33	30		
増粘シリカ	25	--	22.5	25	22	--	--	--	--	17	15		
研磨シリカ	25	--	22.5	25	22	--	--	--	--	17	15		
パーライト	--	50	--	--	--	--	45	50	45	--	--		
重炭酸ナトリウム	--	--	--	50	46	--	--	--	--	33	30		
クエン酸亜鉛	--	--	10	--	10	--	10	--	10	--	10		
ピロ磷酸カルシウム	--	--	--	--	--	33	--	50	45	--	--		

The result of a feeling characteristic test was as follows. :

凝 集 体	練 歯 磨	粒 子 の 知 覚	使 用 時 の 口 感 触
1	B	極めて良好	良 好
2	B	良 好	良 好
3	B	殆どなし	貧 弱
4	B	極めて良好	良 好
5	B	良 好	良 好
6	B	殆どなし	貧 弱
7	B	殆どなし	貧 弱
8	B	極めて良好	良 好
9	B	極めて良好	良 好
1 0	A	極めて良好	良 好
1 1	A	殆どなし	貧 弱
1 2	A	極めて良好	良 好
1 3	A	極めて良好	ざらつき
1 4	A	極めて良好	殆どざらつきなし
1 5	B	極めて良好	良 好
1 6	B	極めて良好	良 好
1 7	A	極めて良好	ざらつき
1 8	A	極めて良好	ざらつき
1 9	A	極めて良好	ざらつき
2 0	A	極めて良好	良 好
2 1	A	極めて良好	ざらつき
2 2	A	極めて良好	ざらつき

The following floc created by the dry type compression root is also examined by the tooth paste formula object A, and these may have perceived it very good at the good opening feel. Floc had particle dimension distribution of 150-400micro, and the particle ingredient which created floc had particle dimension distribution of the range pinpointed on these specifications.
It had the presentation next to floc. :

No.	1	2	3	4	5	6	7	8
研磨シリカ	10.3	23.81	26.3	23.3	27.65	24.5	36	41
増粘シリカ	10.3	23.81	26.3	23.3	27.65	24.5	36	41
二酸化チタン	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.9	3.0	3.0
カリウム	76.4	43.3	--	--	--	--	--	--
クエン酸亜鉛	--	6.08	--	5.95	--	6.25	10.71	10.7
ピロリン酸四カリウム	--	--	24.6	24.6	--	--	--	--
ピロリン酸四ナトリウム	--	--	19.8	19.8	--	--	--	--
硝酸カリウム	--	--	--	--	41.7	41.7	--	--
第一ピロリン酸錫	--	--	--	--	--	--	14.29	--
トリクロサン	--	--	--	--	--	--	--	4.3

CLAIMS

(57) [Claim(s)]

[Claim 1] Are a gear-tooth polish nature detergent constituent containing the floc of a particle ingredient, and floc does not contain an organic and/or inorganic binder substantially. Said floc has the particle dimension whose D90 is 2000 micrometers or less while (A) D10 is 50 micrometers or more. Have D50 of the range of further 80-1500 micrometers, and said floc consists of at least two sorts of particle ingredients. Said each ingredient is physically [chemically and/or] different mutually, and as for at least one sort of particle ingredients, D90 is 80 micrometers or less while (B) D10 is 0.1 micrometers or more. And it has a particle dimension which serves as range whose D50 is 4-35 micrometers. further -- (C) -- said constituent characterized by at least one sort of other particle ingredients having a particle dimension which serves as range whose D90 is 100 micrometers or less and, whose D50 is 9-70 micrometers while D10 is 0.1 micrometers or more.

[Claim 2] A constituent given in the 1st term of a claim characterized by being attached to (A), being $10 \geq 100 \mu\text{m}$ of D, $90 \leq 1500 \mu\text{m}$ of D, and $D50 = 150-800 \mu\text{m}$, being $10 \geq 2 \mu\text{m}$ $90 \leq 65 \mu\text{m}$ per [(B) / D and D] and $D50 = 6-20 \mu\text{m}$, and being $10 \geq 3 \mu\text{m}$ $90 \leq 80 \mu\text{m}$ per [(C) / D and D] and $D50 = 10-40 \mu\text{m}$ further.

[Claim 3] A constituent given in the 2nd term of a claim characterized by being attached to (A), being $10 \geq 150 \mu\text{m}$ of D, $90 \leq 1000 \mu\text{m}$ of D, and $D50 = 200-600 \mu\text{m}$, being $10 \geq 2.5 \mu\text{m}$ $90 \leq 40 \mu\text{m}$ per [(B) / D and D], and being $10 \geq 4 \mu\text{m}$ $90 \leq 50 \mu\text{m}$ per [(C) / D and D] further.

[Claim 4] A constituent given in the 1st term of a claim, the 2nd term, or the 3rd term characterized by floc containing at least 70% of the weight of a particle ingredient.

[Claim 5] A constituent given in any 1 term of the 1-4th terms of a claim characterized by including further the ingredient with which floc has the operation on makeup or a gear-tooth therapy.

[Claim 6] A constituent given in the 5th term of a claim characterized by floc containing a zinc compound.

[Claim 7] A constituent given in any 1 term of the 1-6th terms of a claim characterized by containing floc in 1 - 99% of the weight of an amount.

[Claim 8] A constituent given in the 7th term of a claim characterized by containing floc in 3 - 40% of the weight of an amount.

[Claim 9] A constituent given in any 1 term of the 1-8th terms of a claim characterized by floc consisting of mixture of the thickening silica of the phase tare quantitative ratio of 75:25-25:75, and a polish silica.

[Claim 10] A constituent given in the 9th term of a claim in which floc also contains a titanium dioxide and citric-acid zinc further including a thickening silica and a polish silica in the phase tare quantitative ratio of 50:50.

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record.**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☐ **BLACK BORDERS**

☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**

☐ **FADED TEXT OR DRAWING**

☒ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**

☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**

☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**

☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**

☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**

☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**

☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.